## INDEXE

## MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

## DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

= G8468762

## BREVET D'INVENTION.

Gr. 20. -- Cl. 4.

N° 805.771

Perfectionnements à la fermeture inviolable des récipients.

Société dite: NATIONAL CARBON COMPANY, INC. résidant aux États-Unis d'Amérique.

Demandé le 13 janvier 1936, à 16<sup>h</sup> 16<sup>m</sup>, à Paris. Délivré le 31 août 1936. — Publié le 28 novembre 1936.

(Demande de brevet déposée aux États-Unis d'Amérique le 30 janvier 1935. - Déclaration du déposant.)

La présente invention concerne les fermetures pour récipients et les dispositifs servant à protégar ces fermetures. Elle concerne plus spécialement des dispositifs de 5 scellage servant à protéger les récipients contro l'enlèvement frauduleux ou non autorisé ou l'édutération de leur contenu. Pour enlever l'organe de fermeture, il est nécessaire de détériorer le scellé de cette fermeto ture de façon permanente et évidente.

L'invention est en particulier avantageusement applicable aux dispositifs à l'éprouve des maneuvres frauduleuses servant à protéger les fermetures de récipients de genres to divers tels que : bouteilles, bidons, etc., contenant des liqueurs distillées et autres liquides utilisés comme hoissons.

L'invention a pour objet un scellé de fermeture établi sous forme d'une ébauche 20 de capsule ou de tube en matière résineuse, dans lequel règnent des efforts internes et propre à être placé sur ou dans l'orifice du récipient, cette ébauche de capsule ou tube étant ensuite contractée ou dilatée, de façon 25 à entrer hermétiquement en contact avec l'orifice, par une opération consistant à annuler une partie au moins des efforts internes auxquels elle est soumies et un procédé pour fabriquer un scellé de ce geure.

30 En général, l'invention comporte l'utilisation de matières résineuses ou de com-

positions qui en contiennent, ces matières ou compositions étant thermoplastiques, au moins entre les limites d'une grande échelle de températures, possédant une grande élas- 3 ticité et étant telles que leurs forces élastiques peuvent être gouvernées, au moins partiellement. Ces matières peuvent être considérées comme existant en deux états principaux, appelés ci-après l'état «stable à la chaleur» 4 et l'état «instable à la chaleur». Le terme «stable à la chaleur» est utilisé pour spécifier l'état de la résine ou composition dans lequel des forces élastiques internes sont annulées et en équilibre. Dans cet état, la 4 résine ou composition ne change pas de forme physique lorsqu'on la chauffe tant que sa plasticité n'a pas atteint un degré assez élevé pour être sur le point de devenir fluide et puisse ainsi être déformée par une 5 pure action d'écoulement. Le terme « instable à la chaleur» indique l'état de la résine ou composition dans lequel les forces élastiques ne sont pas toutes annulées ou équilibrées et sont, au contraire, retenues dans la 5 matière sous l'influence de sa rigidité à des températures inférieures à son point de déformation thermique. A partir de cet état instable à la chaleur, si l'on chauffe la résine au-dessus de son point de déformation thermique, sa forme physique se convertit d'une façon irréversible et automatique en la forme

Prix du fascicule : 5 francs.

dans laquelle les forces élastiques internes sont annulées ou possèdent leur valeur minimum. Les termes «stable à la chaleur» et «instable à la chaleur» utilisés ci-dessus ne 5 concernent pas la stabilité chimique de la matière, mais plutôt l'état des forces physiques régnant dans la masse.

Les matières dont on envisage l'application peuvent être converties en formes o instables à la chaleur par une opération consistant à modifier mécaniquement la forme d'une masse donnée de la matière à toute température inférieure à celle à laquelle la matière est sur le point d'atteindre

b l'état fluide. On peut alors faire passer cette masse de l'état instable à la chaleur à l'état stable à la chaleur de diverses façons, par exemple en la chauffant pratiquement dans

une mesure quelconque.

o Les buts les plus importants de l'invention sont d'établir, d'une manière perfectionnée, un scellé de récipient à l'épreuve des manœuvres frauduleuses qui peut facilement être posé sur une fermeture de réci-5 pient et qui, après qu'il a été ainsi posé, ne peut plus en être enlevé sans être détérioré d'une façon permanente et évidente, et d'établir un scellé de fermeture perfectionné dont l'aspect est satisfaisant et qui, o en soi, se prête à son utilisation à la facon d'une fermeture qu'on ne peut enlever qu'en la détériorant ou la détruisant.

La réalisation industrielle de la présente invention comprend essentiellement : 1° L'opération consistant à établir une ébauche instable à la chaleur en composition

résineuse;

2° L'opération consistant à traiter thermiquement cette ébauche ou l'équivalent o pour la convertir de façon irréversible en sa forme finale et la rendre stable à la chaleur.

Bien qu'il existe un grand nombre de matières résineuses thermoplastiques et de compositions qui en contiennent susceph tibles d'être utilisées dans la mise en pratique de l'invention, on a découvert que les résines vinyliques et les compositions à base de ces résines conviennent particulièrement à cet effet en raison du fait qu'elles o sont et restent inodores, insipides et insolubles. Comme elles sont incolores, on peut préparer à l'aide de ces résines et compositions des scellés de récipients de toute couleur ou décor coloré désiré, par des moyens convenables.

Le terme «résine vinylique» s'entend ici pour les produits qu'on peut fabriquer par la polymérisation d'un ou de plusieurs esters vinyliques ou de mélanges contenant des esters vinyliques et du benzène viny- 60 lique. Dans la mise en pratique de l'invention, il est préférable d'utiliser des résines vinyliques résultant de la polymérisation conjointe d'halogénures vinvliques et d'esters vinyliques d'acides organiques, dans la pro- 65 portion de 70 % à 95 % environ d'halogénure vinylique, et, parmi ces derniers produits, ceux qu'on peut fabriquer à l'aide du chlorure de vinyle sont préférés. On peut modifier ces résines en leur y incor- 70 porant des substances propres à augmenter leur stabilité à la lumière et/ou à la chaleur, tels que l'urée et le stéarate de calcium. Des lubrifiants, tels que la cire de carnauba et des naphtalènes halogénés, peuvent être 75 utilisés lorsque la composition doit être extrudée, et l'on peut incorporer d'autres substances à la résine, telles que la farine de bois, la silice, l'amiante et d'autres charges; et des colorants et pigments colorés. 80

Dans les dessins annexés : La figure 1 représente en coupe verticale une capsule pour bouteilles établie suivant l'invention.

La figure 2 représente en coupe verticale 85 la capsule posée hermétiquement sur le goulot d'une bouteille.

La figure 3 est une vue analogue à la figure 2, et représente une capsule de fermeture posée hermétiquement sur une qu bouteille munie d'un goulot à pas de

La figure 4 représente en coupe verticale un scellé ou tube destiné à la protection d'une fermeture.

La figure 5 est une vue analogue aux figures a et 3 représentant le tube de la figure 4 posé hermétiquement sur une fermeture de bouteille.

La figure 6 montre en coupe une ferme- 100 ture en forme de bouchon ou de tige revêtu d'une couche superficielle de composition résineuse.

La figure 7 représente, en coupe, le

bouchon de la figure 6 inséré à l'état élargi dans un goulot de bouteille.

La figure 8 montre par une coupe verticale un autre mode de réalisation de l'invention 5 dans lequel on utilise un organe de verrouillage ou tige-scellé.

La figure 9 est une coupe faite par la ligne 9-9 de la figure 8, en regardant dans

le sens des flèches.

Dans les figures 1 à 3, 10 désigne une capsule ou scellé de fermeture fait d'une composition résineuse telle qu'une résine vinylique. La figure a représente cette capsule posée à l'état contracté sur le 5 goulot d'une bouteille 12 muni d'un bouchon de fermeture en liège 14. La figure 3 est une vue analogue à la figure 2 et représente la capsule 10 contractée sur le goulot d'une bouteille 16 munie d'un goulot 20 fileté, cette figure montrant la façon dont, après contraction de la capsule, celle-ci pouse la forme de la surface avec laquelle elle entre en prise.

Dans la construction de la figure 5, un a 5 scellé de fermeture tubulaire en matière résineuse 20 (représenté sous une forme instable à la chaleur dans la figure 4) est posé à l'état fortement contracté à la fois autour du goulot d'une bouteille 22 et de la surface latérale d'un organe de fermeture en forme

de chapeau taraudé 24, qui peut être fait de toute matière appropriée.

L'organe de fermeture et de scellage représenté dans la figure 6 comprend une 35 tige munie d'une âme ou noyau 26 en liège ou autre matière élastique et d'une couche superficielle 28 en composition résineuse à l'état instable à la chaleur. On peut faire varier la longueur et le diamètre du noyau · 40 entre de grandes limites. La figure 7 montre la tige de la figure 6 à l'état dilaté dans le goulot d'un récipient 40. Dans la construction représentée, la partie de la tige qui s'étend au-dessus du sommet 45 du récipient est complètement élargie et à l'état stable à la chaleur. Le reste de la composition résineuse peut être soit à l'état stable à la chaleur, soit soumis plus ou moins à des efforts internes, ces parties 50 assurant dans tous les cas une obturation

les figures 1 à 3 peut être obtenu en moulant sous des pressions élevées une ébauche creuse faite d'une matière résineuse de 5 la nature précédemment décrite ébauche qui, après enlèvement du moule ou de la presse, est élargie dans sa section transversale ou diamètre interne par un dispositif convenable, puis refroidie dans sa nouvelle 6 forme élargie. On peut effectuer cet élargissement à l'aide d'un mandrin ou d'un autre dispositif convenable.

On peut établir le scellé de fermeture tubulaire représenté dans les figures 4 et 5 fi en extrudant une composition de résine vinylique de forme tubulaire et, pendant que le produit extrudé est chaud, élargissant son diamètre et en refroidissant alors la pièce tubulaire sous sa forme élargie 7 instable à la chaleur. On peut effectuer cet accroissement de diamètre en appliquant un fluide sous pression à l'intérieur du tube pendant qu'on emprisonne celui-ci dans une matrice des dimensions désirées.

Lorsqu'on applique des procédé d'extrudage, les températures et pressions régnant à l'intérieur du dispositif d'extrudage peuvent varier grandement. Des températures voisines de 100° C. à 140° C. et une g pression variant de 70 à 700 kg. par cm² ont donné des résultats très satisfaisants. Les points auxquels les résines vinyliques généralement utilisées se déforment à la chaleur sont approximativement compris g entre 56° C. et 70° C.

Dans le mode de réalisation représenté dans les figures 6 à 9, on peut extruder la résine vinylique, ou autre composition résineuse destinée à être utilisée, sous forme 9 d'une tige comportant un noyau solide ou tubulaire fait d'une matière convenable et de préférence d'une matière souple telle que le liège, ou d'une matière élastique telle que le caoutchouc, entouré par et (ou) contenant une couche ou corps de ladite composition à l'état instable à la chaleur. L'extrudage produit une tige dont la section transversale est beaucoup plus grande que celle de l'ouverture à travers laquelle , l'extrudage s'effectue.

Lorsqu'une matière élastique telle qu'une composition de caoutchouc est utilisée à Le scellé de fermeture représenté dans i titre de noyau, non seulement la couche

ou corps tubulaire de résine vinvlique est soumis, lorsqu'on la refroidit, à des efforts internes qui, lorsqu'ils sont annulés, provoquent un accroissement de la section 5 transversale dudit corps, mais, en raison de la résistance mécanique et de la rigidité que possède ce corps à l'état refroidi, la résine froide assure le maintien d'efforts internes dans le noyau de caoutchone, o surtout dans les cas où la tige est soumise à un allongement au cours de sa fabrication. Lorsqu'on chauffe le corps résineux pour le dilater, la perte qui en résulte de la résistance dudit corps permet au noyau 5 de caoutchouc de changer de forme d'une manière naalogue, ce novau devenant plus court et plus épais.

Si on la désire, on pout fabriquer cette tige entièrement à l'aide de ladite composition résineuse. Ainsi, on peut extruder une composition de résine vinylique à travers une filière présentant un orifice d'échappement de diamètre tel qu'on obtient une tige de résine continue ayant un 5 diamètre initial voisin de 12,7 mm. Pendant que cette tige de matière est encore chaude, on la soumet à une force de traction qui l'allonge jusqu'à ce que son diamètre ait été réduit à environ 6,3 mm. On refroidit été réduit à environ 6,3 mm. On refroidit olors rapidement la tige au voisinage de la température ambiante, ou au-dessous, pendant qu'elle est dans cet état allongé.

L'opération d'allongement mentionné ciacessus n'est pas toujours essentielle, mais ; elle est désirable en ce qu'elle augmente grandement à la fois la grandeur des efforts résiduels qui subsistent dans la tige réfroidic et le degré auquel la tige change de diamètre lors de l'annulation desdits efforts.

o On peut découper cette tige refroidie en tronçons et placer un tronçon dans une ouverture destinée à être obturée, dont la section transversale est un peu plus petite que celle que possède la tige à l'état final, 5 stable à la chaleur. Lorsqu'on chauffe l'organe d'obturation, de préférence aidessus de 75° C., l'ébauche ou tige extrudée s'élargit de façon irréversible en section transversale et reçoit la forme (ou vient courper la position) stable à la chaleur, dans laquelle elle remplit l'ouverture et assure son obturation hermétique.

On peut augmenter la mesure dans laquelle la tige extrudée et refroidie augmente de section transversale, lors du traitement 55 thermique final, en allongeant d'une facon réglée cette tige pendant qu'elle est chaude, pour diminuer son diamètre, dans les cas où aucun noyau n'est utilisé ou dans les cas où le noyau contient une matière élastique 60 telle que le caoutchouc. La pression d'extrudage, la vitesse d'avancement et la force de traction exercée sur le tube à sa sortie du dispositif d'extrudage et le taux de refroidissement de la masse extrudée sont choisis 65 de façon à régler la grandeur des efforts résiduels ou le degré d'instabilité à la chaleur de la matière extrudée. En augmentant la pression d'alimentation exercée sur la matière thermoplastique, il est possible 70 d'augmenter le taux de production de la matière extrudée tout en maintenant la grandeur désirée des efforts résiduels ou d'instabilité à la chaleur de cette matière. De plus, en réglant le taux de refoidissement 75 dudit tube ou tige, on peut régler le degré de dilatation qui intervient dans cet organe avant son refroidissement, ainsi que, par conséquent, la grandeur des efforts internes qui subsistent dans le tube ou tige.

Dans le mode de réalisation de l'invention représenté dans les figures 8 et 9, une rainure inclinée 40 peut être pratiquée dans la paroi de l'orifice d'une bouteille. Une capsule de fermeture à pas de vis 42, faite 85 d'une matière convenable telle qu'un métal ou une composition plastique durcie, présente dans sa paroi supérieure et sa paroi cylindrique des trous 44, 46 placés à l'aligement de cette rainure. On établit une qu fermeture inviolable en insérant une tige dilatable 48 en résine vinylique ou matière équivalente à travers les ouvertures de la capsule et à l'intérieur de la rainure et chauffant ensuite la tige pour la dilater et 95 verrouiller solidement la capsule à la paroi du récipient, ainsi qu'il est évident. La capsule vissée est ainsi verrouillée et il n'est pas possible de l'enlever du récipient sans rompre la tige ou scellé 48.

Il est préférable d'établir la capsule ou le tube ébauché en des dimensions telles que, lorsque cet organe est fixé en position sur l'objet qu'il doit obturer hermétiquement. la totalité ou la majeure partie des efforts résiduels dudit organe ont été annulés.

L'invention sera mieux comprise par les détails donnés ci-dessous à titre d'exemple :

On a préparé une résine viviljque en ple) et du chlorure de vinyle dans les proportions de 15 % environ de chlorure de vinyle et de 15 % environ d'acétate de vinyle, est le 15 % environ d'acétate de vinyle, est le 15 vivile en crise contenant en outre 3 % environ de cire de carnaula et 3 % environ de stéarate de calcium alcalin, le tout en poids; on a chauffé cette résine à une température voisme de 125 °C. et on l'a textudée sous forme d'un tube de 12.7 mm.

15 extrudée sous forme d'un tube de 12,7 mm. de diamètre interne, à l'aide d'une presse à extruder, sous une pression de 175 kg. par cm². Pendant que le tube était encore chaud, à sa sortie de la filière du dispositif

20 d'extrudage, on l'a élargi de façon qu'il reçoive un diamètre interne de 36 mm. et une paroi de 0,4 mm., à l'aide d'air comprimé sous une pression de 0,35 à 0,7 kg. par cm² appliqué sur l'extrémité ouverte

a5 du tube pendant que celui-ci était supporté à l'intérieur d'un tube enveloppant. Le tube a été refroidi rapidement dans son état élargi. On a ensuite découpé une soction du tube résultant instable à la chaleur et on

30 l'a placée autour du col et de l'organe d'obturation d'une bouteille de verre. On a alors soumis cette bouteille à une température voisine de 100° C. pendant environ 10 minutes, ce qui a diminué suffisamment

35 la rigidité de la matière pour permettre à celle-ci de couler sous l'effet des forces internes présentes dans la masse instable à la chaleur. A ce moment, le tube possédait la forme dans laquelle il était stable à la

40 chaleur. Get a provoqué une contraction importante de la masse en l'obligeant à adhérer fortement au goulot de la bouteille et à sceller l'organé de fermeture en position. Comme il n'est plus possible de développer

45 de nouveau dans la masse des conditions identiques d'instabilité à la chaleur, il serait impossible d'enlever le bouchon ou organe de fermeture si ce n'est pas sa formation permanente ou destruction.

50 En plus de la chaleur, d'autres moyens peuvent être appliqués dans certains cas pour annuler tout ou partie des efforts internes régnant dans les ébauches instables à la chaleur et pour permettre un écoulement de la matière propre à amener o l'ébauche à l'état stable à la chaleur. Ainsi, on peut appliquer sur une ou chacune des surfaces de la capsule ou de l'ébauche, avant de poser celle-ci sur la fermeture, des solvants volatils convenables ou des framollissants bien connus – de point d'ébullition moyen ou élevé — de la matière résineuse, en vue de faciliter l'écoulement de la matière et l'annulation de tout ou partie des efforts internes régnant dans 6 l'ébauche, à des températures même aussi basses que les températures atmosphériques ou inférieures.

L'invention est évidemment susceptible de recevoir un grand nombre de modifi-

cations sans s'écarter de son esprit. RÉSUMÉ :

1° Un scellé de fermeture caractérisé par le fait qu'il est constitué à l'aide d'une composition résineuse dans laquelle règnent des efforts initiaux. 7

Ge scellé peut être caractérisé, en outre par les points suivants, ensemble ou séparément :

a. Les efforts initiaux sont susceptibles 8.
d'être annulés par l'action de la chaleur;
b. Il est fait de résine vinylique à l'état

instable à la chaleur; c. Gette résine est obtenue par la polymérisation conjointe d'une lialogénure vinylique et d'un ester vinylique d'un acide organique.

a' Une ébauche destinée à ce scellé, cette ébauche étant caractérisée par le fait qu'elle est composée d'un corps allongé fait d'une composition plastique durcie content une malière résineuse sous une forme physique instable susceptible d'être convertie en une forme physique stable lorsqu'on la soumet à l'action de la chaleur.

Cette ébauche peut, en outre, être caractérisée par les points suivants, ensemble ou séparément :

a. En même temps que la section transversale du corps allongé est susceptible d'être modifiée, ce corps peut être amené ¹º à une état ou forme physique stable par l'application d'un ramollissant sur une surface de l'ébauche;

L'application du ramollissant est effec-

transversale.

tuée en présence d'une chaleur modérée.

3° Procédé pour fabriquer une capsule de fermeture contractile, ce procédé consistant à établir à l'aide d'une composition 5 résineuse une capsule de section tranversale plus grande que celle qu'exige l'objet destiné à recevoir cette capsule et, en même temps, à engendrer dans cette composition des florts initiaux qui tendent à diminuer la section transversale de la capsule, dans des conditions qui empéchent toutefois cette diminution de la section toutefois cette diminution de la section toutefois cette diminution de la section tentre de la capsule, dans des conditions qui empéchent toutefois cette diminution de la section tentre de la capsule, dans des conditions qui empéchent toutefois cette diminution de la section.

Ce procédé peut être caractérisé, en outre, par les points suivants, ensemble ou séparément :

rément :

a. La composition résineuse est un produit de polymérisation;

 b. On utilise une composition thermoio plastique comprenant une résine vinylique.

4° Procédé pour obturer hermétiquement une ouverture d'un récipient ou autre objet, ce procédé étant caractérisé par les points 15 suivants, ensemble ou séparément :

a. On applique sur cette ouverture un organe d'obturation fait d'une composition thermoplastique contenant une matière résineuse à un état instable à la chaleur, laquelle io matière possède la propriété de changer de forme physique et d'être amenée par chauffage à un état stable à la chaleur, chauffe ledit organe de façon à réduire son diamètre de telle manière qu'il s'adapte exactement 15 aux parois de l'ouverture et amène ladite matière à son état stable à la chaleur.

b. On établit un organe d'obturation en composition thermoplastique résineuse dans laquelle règnent des efforts internes tendant lo à augmenter sa section transversale, insère dans l'ouverture du récipient l'organe est soumis établi, pendant que cet organe est soumis auxdits efforts et supprime une partie au moins de ces efforts, ce qui effectue un t5 acroissement sensible de la section transversale de l'organe et assure une obturation hermétique permanente de l'ouverture du récipient par ledit organe;

c. Pour diminuer une partie au moins io des efforts internes, on applique sur la surface de la composition thermoplastique un agent ramollissant à une température à laquelle la composition assure le maintien normal desdits efforts dans l'organe, ce qui effectue un accroissement sensible de la 55 section transversale dudit organe;

d. On insère un organe d'obturation dans l'ouverture, on verouille le récipient et cet organe l'un per rapport à l'autre à l'aide d'un organe de verrouillage fait d'une 60 composition résineuse thermoplastique dans laquelle règnent des efforts internes qui tendent à augmenter sa section transversale et on supprime alors une partie au moins desdits efforts, ce qui effectue un acrois-65 sement sensible de la section transversale de l'organe de verrouillage et le fire solidement à la fois au récipient et à l'organe d'obturation.

5° Procédé pour fabriquer un scellé de 70 fermeture contractile destiné à un récipient, ce procédé consistant à d'abilir sous pression un corps instable à la chaleur fait d'une composition plastique chaude contenant une matière résineuse, et à refroidir ce corps 75 avant que sa section transversale ait été changée sensiblement et pendant qu'il y règne des efforts internes tendant à modifier ladite section, ce qui empêche que cette section soit modifiée sensiblement. 80

Ce procédé peut, en outre, être caractérisé par le fait qu'on extrude sous pression une composition plastique contenant une matière résineuse de façon à constituer un corps tubulaire, dilate la section trans- 85 versale du corps extrudé, refroidit ensuite le corps dilaté avant d'apporter un nouveau changement à sa section transversale et pendant que la composition est le siège d'efforts internes tendant à augmenter ladite qu section, pose sur le récipient et sur un organe de fermeture y associé le scellé de fermeture ainsi constitué et supprime alors une partie au moins desdits efforts, ce qui effectue une diminution sensible de la section du corps 95 et établit un scellé permanent pour le récipient et l'organe de fermeture.

Société dite: NATIONAL CARBON COMPANY, INC.

Par procuration:

Société BRANDON, SIMONNOT et RINEY.

Pour la vente des fascicules, s'adresser à l'Imprimente Nationale, 27, rue de la Convention. Paris (15°).

Société dite : National Carbon Company, Inc.

